

PAT-NO: JP361031324A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 61031324 A

TITLE: PRODUCTION OF BASE MATERIAL FOR OPTICAL FIBER

PUBN-DATE: February 13, 1986

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

IINO, AKIRA

ORIMO, KATSUMI

FURUGUCHI, MAKOTO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

FURUKAWA ELECTRIC CO LTD:THE

N/A

APPL-NO: JP59152622

APPL-DATE: July 23, 1984

INT-CL (IPC): C03B037/014, C03B020/00, C03C013/04, G02B006/00

ABSTRACT:

PURPOSE: To dope fluorine only to the clad by maintaining the min. cladding temp. of a porous glass layer for clad higher than the temp. of a core and vitrifying the core to transparent glass then executing simultaneously the vitrification of the clad to transparent glass and fluorine doping.

CONSTITUTION: A porous glass base material is manufactured by combining the porous glass layer for core (e.g.; doped quartz layer) and porous glass layer for clad (e.g.; pure quartz layer) in such a manner that the min. cladding temp. of the porous glass layer for core is made lower than the min. cladding temp. of the porous glass layer for clad. The porous glass layer for core is then heated to the temp. below the min. cladding temp. of the porous glass layer for clad and is thus vitrified to transparent glass; thereafter the temp. is increased to vitrify the porous glass layer for clad to transparent glass. The fluorine is doped at the same time to the glass layer for clad, by which

the base material for an optical fiber doped with the fluorine only in the clad layer is obtd.

COPYRIGHT: (C)1986,JPO&Japio

⑫ 公開特許公報(A) 昭61-31324

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)2月13日

C 03 B 37/014

8216-4G

20/00

7344-4G

C 03 C 13/04

6674-4G

G 02 B 6/00

S-7370-2H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 光ファイバ母材の製造方法

⑯ 特 願 昭59-152622

⑰ 出 願 昭59(1984)7月23日

⑱ 発 明 者 飯 野 頭 市原市八幡海岸通6番地 古河電気工業株式会社千葉電線製造所内

⑲ 発 明 者 折 茂 勝 巳 市原市八幡海岸通6番地 古河電気工業株式会社千葉電線製造所内

⑲ 発 明 者 古 口 誠 市原市八幡海岸通6番地 古河電気工業株式会社千葉電線製造所内

⑳ 出 願 人 古河電気工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目6番1号

㉑ 代 理 人 弁理士 齋藤 義雄

明 細 書

1 発明の名称 光ファイバ母材の製造方法

2 特許請求の範囲

(1) 光が通るコア用の多孔質ガラス層と、光が反射するクラッド用の多孔質ガラス層とを有する多孔質ガラス母材をつくり、当該母材を透明ガラス化する光ファイバ母材の製造方法において、コア用多孔質ガラス層の最低合体温度がクラッド用多孔質ガラス層のそれよりも低くなるよう、これら多孔質ガラス層をつくり、コア用多孔質ガラス層をクラッド用多孔質ガラス層の最低合体温度以下により透明ガラス化し、その後、クラッド用多孔質ガラス層を透明ガラス化するとともにクラッド用の該ガラス層にフッ素をドーピングすることを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。

(2) 透明ガラス化前におけるコア用多孔質ガラス層がドーブト石英、クラッド用多孔質ガラス層が純石英からなる特許請求の範囲第1項記載の光ファイバ母材の製造方法。

(3) 透明ガラス化前におけるコア用多孔質ガラス

層が高ドーブト石英、クラッド用多孔質ガラス層が低ドーブト石英からなる特許請求の範囲第1項記載の光ファイバ母材の製造方法。

(4) ドーパントが酸化ゲルマニウムからなる特許請求の範囲第2項または第3項記載の光ファイバ母材の製造方法。

(5) ドーパントが酸化ゲルマニウム以外の金属酸化物からなる特許請求の範囲第2項または第3項記載の光ファイバ母材の製造方法。

(6) ディプレストクラッド層からなるクラッド用多孔質ガラス母材をつくる特許請求の範囲第1項ないし第3項いずれかに記載の光ファイバ母材の製造方法。

(7) シングルモード型の光ファイバ母材をつくる特許請求の範囲第1項ないし第3項いずれかに記載の光ファイバ母材の製造方法。

3 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は各種の通信分野に用いられる光ファイバの母材を製造する方法に関する。

(従来の技術)

シングルモード型の光ファイバは低ロスかつ広帯域であり、海底ケーブルなど、長距離通信への実用化が進められている。

シングルモード光ファイバには、ゲルマニウムドープト石英からなるコアと、高純度石英からなるクラッドとを有するマッチドクラッドシングルモード光ファイバ(以下DCSNFと略称)、およびゲルマニウムドープト石英または高純度石英からなるコアと、フッ素ドープト石英からなるクラッドとを有するディプレストクラッドシングルモード光ファイバ(以下DCSNFと略称)がある。

上記二種のうち、低ロス化、マイクロベンドロス増が小さい、ゼロ分散波長が $1.55\mu\text{m}$ へ移動できる、長波長ロス増が小さい、などの観点から最近ではDCSNFが注目されている。

既知のVAD法によりDCSNF用の多孔質ガラス母材をつくる時、つぎのような方法が採られている。

その1つは多孔質ガラス母材作製時、クラッド

となる層にフッ素をドーブする方法であり、他の1つは多孔質ガラス母材の透明ガラス化時に置いてクラッドとなる層にフッ素をドーブする方法である。

しかしこれら各法ともコアとなる層、クラッドとなる層の両方にフッ素が均一ドーブされてしまい、クラッドとなる層にのみフッ素がドーブされた真正なDCSNFが得られていない。

(発明が解決しようとする問題点)

本発明は上記の問題点に鑑み、クラッドとなる層にのみフッ素がドーブされた光ファイバ母材が得られる方法を提供しようとするものである。

(問題を解決するための手段)

本発明は光が通るコア用の多孔質ガラス層と、光が反射するクラッド用の多孔質ガラス層とを有する多孔質ガラス母材をつくり、当該母材を透明ガラス化する光ファイバ母材の製造方法において、コア用多孔質ガラス層の最低合体温度がクラッド用多孔質ガラス層のそれよりも低くなるよう、これら多孔質ガラス層をつくり、コア用多孔

質ガラス層をクラッド用多孔質ガラス層の最低合体温度以下により透明ガラス化し、その後、クラッド用多孔質ガラス層を透明ガラス化するとともにクラッド用の該ガラス層にフッ素をドーブすることを特徴としている。

(作用)

本発明方法の場合、コア用多孔質ガラス層の最低合体温度 T_1 とクラッド用多孔質ガラス層の最低合体温度 T_2 とが $T_1 < T_2$ となるよう、こらら多孔質ガラス層をつくり、コア用多孔質ガラス層を先行して透明ガラス化するが、この際、 $T_1 < T_2$ を利用して、 T_1 に応じた温度でコア用ガラス層を透明ガラス化するのでクラッド用多孔質ガラス層は透明ガラス化されない。

その後、クラッド用多孔質ガラス層を透明ガラス化するとき、これをフッ素含有雰囲気中で実施することにより、該クラッド用多孔質ガラス層の透明ガラス化とフッ素ドーブとを同時に行なうが、この時点でのコア用ガラス層はすでに透明ガラス化されており、したがってコア用ガラス層にはフッ素がドーブされず、クラッド用ガラス層の

みにフッ素がドーブされる。

なお、上記における最低合体温度とは、異なる組成のスト状ガラス微粒子、例えば SiO_2 と GeO_2 とが溶けて互いに一体化する際の最低透明ガラス化温度であり、最低焼結温度ともいわれている。

例えば SiO_2 - GeO_2 からなる多孔質ガラス(前者)と、 SiO_2 のみからなる多孔質ガラス(後者)との比較では、前者の最低合体温度が後者の最低合体温度を下回るようになる。

(実施例)

以下本発明方法の実施例につき、図面を参照して説明する。

第1図は既知のVAD法により、シングルモード型となる光ファイバ用の多孔質ガラス母材1を作製している略示図である。

同図において、2はコア用の多孔質ガラス層、3、4はクラッド用の多孔質ガラス層、5は多孔質ガラス層2を形成するためのバーナ、8は多孔質ガラス層3を形成するためのバーナ、7は多孔質ガラス層4を形成するためのバーナであり、こ

れらバーナ5、6、7はいずれも多重管構造からなる。

上記VAD法により、例えばDCSNF用の多孔質ガラス母材1をつくるとき、コア用のバーナ5には SiCl_4 (主原料)、 GeCl_4 (ドーブ原料)、 O_2 (支燃ガス)、 H_2 (可燃ガス)、不活性ガス(緩衝ガス)を供給するとともにクラッド用のバーナ3、4にはそれぞれ SiCl_4 、 O_2 、 H_2 、緩衝ガスを供給し、これら各ガスの火炎加水分解反応により生成したスート状のガラス微粒子を軸方向、径方向に堆積させてコア用多孔質ガラス層2、クラッド用多孔質ガラス層3、4を有する多孔質ガラス多孔質ガラス母材1を作製する。

これにより得られた多孔質ガラス母材1は、コア用多孔質ガラス層2が SiO_2 - GeO_2 からなり、クラッド用ガラス層3、4は SiO_2 のみからなる。

つぎに多孔質ガラス母材1をヘリウムと塩化チオニルとの混合ガス雰囲気中に入れてそのコア用多孔質ガラス層2のみを先行して透明ガラス化するが、これに際してはその雰囲気温度を同層2の

最低合体温度(SiO_2 の透明ガラス化温度以下)に設定する。

かくてコア用多孔質ガラス層2は透明ガラス化されるが、クラッド用多孔質ガラス層3、4はその多孔質ガラス状態を保持している。

その後、多孔質ガラス母材1をヘリウムと塩化チオニルと六フッ化イオウとの混合ガス雰囲気中に入れてそのクラッド用多孔質ガラス層3、4を透明ガラス化するのであり、この際の雰囲気温度はこれら両層3、4の組成 SiO_2 の最低合体温度に設定する。

こうして熱処理することにより、多孔質ガラス層3、4はフッ素をドーブされながら透明ガラス化され、フッ素ドーブト石英になるが、前記ガラス層2はすでに透明ガラス化されているので、この熱処理時にフッ素がドーブされない。

上記の熱処理によりガラス母材1は多孔質状態から透明ガラス化状態になり、当該透明ガラス化後の母材1が既知の加熱延伸により紡糸されて第2図のごとき屈折率分布をもつディプレストク

ラッドシングルモード光ファイバとなる。

なお、上述した実施例では、透明ガラス化前におけるコア用多孔質ガラス層2にのみドーパントを含有させ、クラッド用多孔質ガラス層3、4にはドーパントを含有させなかったが、コア用多孔質ガラス層2の最低合体温度 $T1$ とクラッド用多孔質ガラス層3、4の最低合体温度 $T2$ とが $T1 < T2$ を満足させているかぎり、透明ガラス化前のクラッド用ガラス層3、4にもドーパントを含有させてもよい。

また、これら各ガラス層に含有させるドーパントとしては、 $T1 < T2$ を満足させる範囲内においてP、B、Al、Sn、Ti、Zr、Ga、Hg、Sb、Ca、Br、Asなど、Ge以外の金属の酸化物が採用できる。

さらに本発明方法によると、グレーデッドインデックス型とか、ステップインデックス型となる光ファイバの母材も作製できる。

つぎに本発明方法のより具体的な実施例について説明する。

第1図に略示したVAD法により、コア用多孔

質ガラス層2と、クラッド用ガラス層3、4とからなる多孔質ガラス母材1をつくるとき、比屈折率差が $\Delta n = 0.2\%$ となるよう、コア用バーナ5には SiCl_4 と GeCl_4 を、クラッド用バーナ6、7にはそれぞれ SiCl_4 を供給し、これらを酸水素炎により火炎加水分解し、その反応生成物たる各種ガラス微粒子を図示のごとく堆積させてDCSNF用に適した寸法の多孔質ガラス母材1を作製した。

上記多孔質ガラス母材1を電気炉内に入れて第1回目の熱処理を行なうとき、その電気炉の炉心管内には 30 l/min のHeと、 1 l/min のHeによりバブリングして担持した塩化チオニルとを導入し、 1380°C の該炉心管内に挿入された多孔質ガラス母材1を、 120 mm/H の引上速度で引き上げて熱処理した。

なお、上記温度 1380°C は $96.7\text{ wt}\%\text{SiO}_2$ -残部 GeO_2 からなるコア用多孔質ガラス層2の最低合体温度である。

この第1回目の熱処理ではコア用多孔質ガラス層2のみが透明ガラス化され、クラッド用多孔質

ガラス層3、4はその多孔質ガラス状態を保持していた。

その後、上記炉心管内に12/minのHeによりバブリングして担持した塩化チオニルと802/minのSF₆とを導入し、該炉心管内を1400℃に保持して引上状態にあった前記母材1を120mm/hの降下速度で引き下げ、第2回目の熱処理を行なった。

なお、上記温度1400℃はSiO₂からなるクラッド用多孔質ガラス層3、4の最低合体温度である。

この第2回目の熱処理により両ガラス層3、4が透明ガラス化され、これらガラス層3、4中には期待通り、フッ素がドーブされていた。

すでに透明ガラス化されているコア用のガラス層2にはフッ素がドーブされておらず、これは透明ガラスに対するフッ素ガスの拡散係数が小さいことによると推定できる。

第2図の屈折率分布図は上記具体例の母材を紡糸して得たディプレストクラッドシングルモード光ファイバの△を示したもので、同図で明らかなくとコアの△+は約0.2%となっている。

この屈折率分布図から、フッ素がコアに拡散していないことが理解できる。

(発明の効果)

以上説明した通り、本発明方法によるときは、クラッドとなるガラス層にのみフッ素をドーブすることができ、したがってグレーテッドインデックス型、△の大きいステップインデックス型の光ファイバ母材が製造できるのはもちろん、ディプレストクラッドシングルモード光ファイバの母材をも満足に製造することができ、光ファイバ通信で要求される低ロスかつ広帯域化に十分貢献することができる。

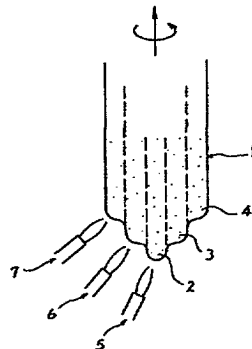
4 図面の簡単な説明

第1図は本発明方法の1実施例を略示した説明図、第2図は本発明方法による母材を紡糸して得た光ファイバの屈折率分布図である。

- 1 多孔質ガラス母材
- 2 コア用多孔質ガラス層
- 3、4 クラッド用多孔質ガラス層

代理人 弁理士 斎藤 義雄

第1図



第2図

